

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-160184

(P2000-160184A)

(43) 公開日 平成12年6月13日 (2000.6.13)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 1 0 M 173/00		C 1 0 M 173/00	4 H 1 0 4
171/02		171/02	
171/06		171/06	
// C 1 0 N 20: 02			
20: 06			

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平10-342426	(71) 出願人	000162423 協同油脂株式会社 東京都中央区銀座2丁目16番7号
(22) 出願日	平成10年12月2日 (1998.12.2)	(71) 出願人	000002118 住友金属工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
		(72) 発明者	榊原 正義 神奈川県藤沢市辻堂神台1-4-1 協同 油脂株式会社辻堂工場内
		(74) 代理人	100059959 弁理士 中村 稔 (外6名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属加工用分散液の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 分散相の粒径分布幅の狭い金属加工用分散液の製造方法を提供すること。

【解決手段】 鉱物油、天然油脂、合成エステル油、および合成炭化水素油からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む基油と、界面活性剤とを含み、動粘度が、 $1000\text{ mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ) 以下の分散相を、流速  $1\text{ m/s}$  以上の速度で連続相中に圧入し、分散液中の分散相の濃度を0.5~50容量%とすることを特徴とする金属加工用分散液の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉱物油、天然油脂、合成エステル油、および合成炭化水素油からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む基油と、界面活性剤とを含み、動粘度が、 $1000\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ) 以下の分散相を、流速 $1\text{m/s}$ 以上の速度で連続相中に圧入し、分散液中の分散相の濃度を $0.5\sim 50$ 容量%とすることを特徴とする金属加工用分散液の製造方法。

【請求項2】 分散液中の分散相の平均粒径を $10\mu\text{m}$ 以下にすることを特徴とする、請求項1記載の金属加工用分散液の製造方法。

【請求項3】 界面活性剤として、ノニオン系界面活性剤とアニオン系界面活性剤を併用する、請求項1または2記載の金属加工用分散液の製造方法。

【請求項4】 吐出部分の断面積が $0.15\text{mm}^2$ 以上の治具を使用して、分散相を連続相中に圧入する、請求項1～3のいずれか1項記載の金属加工用分散液の製造方法。

【請求項5】 金属加工用分散液が塑性加工用潤滑剤である、請求項1～4のいずれか1項記載の金属加工用分散液の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、分散液、特に、分散相の粒径分布幅の狭い金属加工用分散液の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 金属加工用分散液を製造するに当たり、現在では金属加工油剤メーカーより納入された分散相（金属加工用油剤の原液）を、ユーザーにて規定量の分散媒と混合後、調整している。工業的用途で考えると、分散媒としては水が一般的であり、油剤メーカーより納入された水溶性金属加工油剤の原液を、ユーザーにて規定量の水または温水と混合後、攪拌および／またはポンプ循環等にて使用目的に合った濃度（時には粒径）に調整し、加工に利用している。しかし、このような調整方法では、所定濃度に調整することは容易であるが、使用目的に合った粒径の分散液を短時間で調整するためには、強力な攪拌機および／または分散装置（例：高速ホモゲナイザー）等の導入が必要となり、多大な設備投資を必要とする。特に、金属加工用分散液が金属塑性加工用分散液である場合、分散液の調整不良（例：粒径分布がブロード）の状態では加工を実施すると、工具へのプレート・アウトが不均一になり焼き付きの発生・製品の品質不良（例：光沢性低下）・油剤の消費量増加という問題が発生する。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、分散相の粒径分布幅の狭い金属加工用分散液の製造方法を提供することである。この明細書において、「金属加工」

とは、切削加工、研削加工、塑性加工（例えば、圧延、鍛造、引き抜き、押し出し、絞り、張出し、しごき、プレス他）等の金属加工全般を指している。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は、鉱物油、天然油脂、合成エステル油、および合成炭化水素油からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む基油と、界面活性剤とを含み、動粘度が、 $1000\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ) 以下の分散相を、流速 $1\text{m/s}$ 以上の速度で連続相中に圧入し、分散液中の分散相の濃度を $0.5\sim 50$ 容量%とすることを特徴とする金属加工用分散液の製造方法である。

## 【0005】

【発明の実施の形態】 本発明に使用する連続相は、分散相が不溶または難溶のものであれば特に制限されない。通常は水である。軟水、硬水、イオン交換水、蒸留水等、圧入される分散相の分散安定性に悪影響をおよぼさないかぎり、いずれでも良い。また、水中に予め水溶性の物質（例えば、保護コロイド形成剤）を添加し、分散安定性を向上させることもできる。

【0006】 本発明に使用する分散層は、鉱物油、天然油脂、合成エステル油、および合成炭化水素油からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む基油と、界面活性剤とを含み、その動粘度が、 $1000\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ) 以下のものである。本発明の分散相の動粘度 ( $40^\circ\text{C}$ ) は、 $1000\text{mm}^2/\text{s}$  以下、好ましくは $200\text{mm}^2/\text{s}$  以下、さらに好ましくは $100\text{mm}^2/\text{s}$  以下である。分散相の動粘度が $1000\text{mm}^2/\text{s}$  を超えると圧入時の圧力損失が大きくなるためエネルギー・ロスが大きくなり、また、高濃度での分散安定性が劣ってくる。本発明において、分散相の最終濃度は、好ましくは $0.5\sim 50$ 容量%である。 $0.5$ 容量%未満では分散相の濃度が低過ぎて実用上の意味が小さく、また $50$ 容量%を超えると安定な分散液が製造しにくくなる。本発明の分散液において、分散相の平均粒径は、好ましくは $10\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $5\mu\text{m}$ 以下である。分散相の平均粒径が、 $10\mu\text{m}$ を超えると分散安定性が低下し、分散相の分離が生じやすく、作業性に劣る傾向がある。

【0007】 本発明の分散相には種々の界面活性剤が使用できるが、ノニオン系界面活性剤とアニオン系界面活性剤を併用することが好ましい。ノニオン系界面活性剤としては、エーテル型、エステルエーテル型、エステル型等が挙げられる。中でも、HLB値が $16$ 以下のものが好ましい。アニオン系界面活性剤としては、脂肪酸塩、アルキルスルホン酸塩、芳香族スルホン酸塩、石油スルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルキル硫酸塩等が挙げられるが、基油に溶解しやすい芳香族スルホン酸塩、石油スルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩が特に好ましい。

【0008】 ノニオン系界面活性剤とアニオン系界面活性剤を併用したことにより本発明の効果が奏される理由

は、以下のように考えられる。ノニオン系界面活性剤は、分散相表面に局在し分散相の細粒径化に大きく寄与する。他方、分散相表面は分散液中では帯電しており、この帯電状態が安定で存在するほど分散安定性が高い（分散相の合一が起きにくい）と言われている。従って、分散安定性を高めるためには、分散相表面に帯電域を設けることが必要である。そのためには、連続相中で電離し、分散相表面近傍の電荷を高めることが出来るアニオン系界面活性剤の働きが重要と考えられる。本発明の分散相中、界面活性剤の総使用量は、好ましくは3～30重量%、さらに好ましくは5～30重量%、最も好ましくは10～25重量%である。また、ノニオン系界面活性剤とアニオン系界面活性剤を併用する場合、ノニオン系界面活性剤とアニオン系界面活性剤の重量比率は、好ましくは95：5～50：50であり、より好ましくは95：5～70：30である。

【0009】連続相中への分散相の圧入速度は1m/s以上、好ましくは2m/s以上、さらに好ましくは3m/s以上である。1m/s未満では連続相中への圧入速度が遅すぎるため、分散相の粒径分布がブロードとなり分散安定性に劣る。連続相中へ分散相を圧入する装置は一般に使用されている装置が使用出来る。具体的には、容器に連続相を所定量計り取り、その中に単独または複数の吐出口を有する治具を浸漬し、適当なポンプで分散相を圧入すれば良い。圧入に使用する治具として好ましいものは、分散相の吐出部分の断面積が0.15mm<sup>2</sup>以上、好ましくは0.15～25mm<sup>2</sup>のものである。吐出部分の断面形状は任意であるが、好ましくは円形または正方形、より好ましくは円形が望ましい。円形または正方形以外の他の断面形状は一般に加工が難しく、また、他の断面形状では縦／横の比が大きくなり、最も狭い部分で詰まりの発生や圧力損失が大きくなる。分散相の吐出部分の断面積が0.15mm<sup>2</sup>未満では、分散相中のゴミ等が吐出部分に詰まりやすく、生産性の低下を招くとともに、多量の分散液を製造しようとするとき吐出部での圧力損失が大きくなり、作業性が急激に低下する。

【0010】分散相を吐出させる治具としては、限定されるわけではないがノズルを用いるのが最も好適である。ノズルは各種メーカーより種々のものが市販されており、安価で、かつ、容易に入手出来る。ノズルの具体例としては、フラットスプレーノズル、フルコーンノズル、渦巻きノズル等が挙げられる。しかし、空気混合ノズル（気液混合型ノズル）は、製造した分散液中に空気が混入し発泡等の弊害が生じるため本発明に使用するのには適切ではない。ノズルの材質は特に限定されない。また、本発明の分散液の製造において、攪拌機および／または循環ポンプを用いて連続相を流動させるか、吐出口を移動させて、分散相の均一化を促進させることが好ましい。

10

20

30

40

\*

\*【0011】本発明の分散相には、必要により、ポリイソブチレンやポリメタクリレート等の油性増粘剤（付着向上剤）、硫黄系やリン系の極圧剤、黒鉛・PTFE等の固体潤滑剤（最大粒子径は、吐出口の短径の1/10以下が好ましい）、フェノール系やアミン系の酸化防止剤、脂肪族カルボン酸や脂肪族アルコール等の油性剤、脂肪族カルボン酸のアルカリまたはアルカリ土類金属塩やコハク酸およびそのアルカリまたはアルカリ土類金属塩等の防錆剤、脂肪族カルボン酸のアミン塩等を添加しても良い。これらの添加剤の使用量は、分散相中、通常は、0.1～40重量%である。

【0012】本発明の分散相の製造方法は、何ら制約を受けるものではなく、従来の製造方法がそのまま適用可能である。なお、吐出口の詰まり防止のため、吐出口の最小幅（短径）の好ましくは約1/5以下、さらに好ましくは約1/10以下の口径を有する金網等の濾過材で分散相を濾過した後、圧入することが好ましい。

【0013】

【実施例】以下実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

【実施例1～9および比較例1～3】表1（実施例1～9）または表3（比較例1および2）に示す重量組成を有する分散相の所定量を、歯車ポンプを用いて、予め所定量の水（連続相）を満たした容器（直径240mm×高さ240mm）に、表1または表3に示す条件で圧入し、所定の金属加工用分散液を調製した。この際、連続相は攪拌機により300rpmで攪拌した。得られた分散液の分散相の平均粒径および粒径分布幅を以下に示す方法により測定した。結果を表2および表4に示す。なお、比較例3は、実施例7と同一の分散層および水（連続層）を攪拌機のみで30分間攪拌して油剤を調製したものである。

【0014】動粘度の測定：分散相をJIS K-2283 ウペローデ粘度計で40℃で測定した。

平均粒径の測定：分散相の濃度が10容量%となるように希釈した分散液を1Lガラス製ビーカーに入れ、攪拌機を用いて均一にした後、攪拌を止め、コールターマルチサイザー（コールター社製）を用い、30μmのオリフィス径で測定した。なお、製造時の分散相の濃度が10容量%以下の場合は、上記調整は行わずそのまま平均粒径の測定を実施した。

平均粒径の分布幅の評価：10μm以上の分散相粒子の存在比率により次のように評価した。

○：10μm以上の分散相粒子の存在比率が20重量%未満

×：10μm以上の分散相粒子の存在比率が20重量%以上

【0015】

【表1】

実施例

5	1	2	3	4	5	6	7	8	9
分散相の組成									
鉱油 1	54	54	54	54	54	54	—	—	44
鉱油 2	—	—	—	—	—	—	76.5	—	—
鉱油 3	—	—	—	—	—	—	—	76.5	—
合成炭化水素油	—	—	—	—	—	—	—	—	10
合成エステル油 1	30	30	30	30	30	30	—	—	—
合成エステル油 2	—	—	—	—	—	—	10	—	—
天然油脂 1	—	—	—	—	—	—	—	10	—
天然油脂 2	—	—	—	—	—	—	—	—	—
界面活性剤 1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
界面活性剤 2	3	3	3	3	3	3	3	3	3
界面活性剤 3	3	3	3	3	3	3	—	—	3
界面活性剤 4	5	5	5	5	5	5	5	5	5
界面活性剤 5	1	1	1	1	1	1	—	—	1
界面活性剤 6	1	1	1	1	1	1	1	1	1
界面活性剤 7	1	1	1	1	1	1	1	1	—
界面活性剤 8	—	—	—	—	—	—	—	—	1
極圧剤 1	—	—	—	—	—	—	1	—	—
極圧剤 2	—	—	—	—	—	—	—	1	—
BHT	—	—	—	—	—	—	0.5	0.5	—
分散相動粘度(mm <sup>2</sup> /s)	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5	21	100	150
分散相 (L)	2.5	1.5	0.5	0.25	0.025	1.5	1.5	1.5	1.5
連続相 (水) (L)	2.5	3.5	4.5	4.75	4.975	3.5	3.5	3.5	3.5
設定濃度 (容量%)	50	30	10	5	0.5	30	30	30	30

\* \* 【表2】

実施例

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
使用ノズル	A	A	A	A	A	B	C	C	C
最小通路径 (mmφ)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.6	4.9	4.9	4.9
最小通路断面積(mm <sup>2</sup> )	0.196	0.196	0.196	0.196	0.196	2.01	18.9	18.9	18.9
分散相									
圧入速度(L/分)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.2	1.2	1.2
圧入流速 (m/s)	42	42	42	42	42	4.1	1.1	1.1	1.1
分散液の性質									
平均粒径 (μm)	1.8	1.5	1.6	1.8	2.5	3.8	6.9	7.5	8.3
粒径分布幅	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【0016】

【0017】

【表3】

	比較例		
	1	2	3
分散相の組成			
鉱油 1	—	—	—
鉱油 2	—	—	76.5
鉱油 3	76.5	—	—
合成炭化水素油	—	76.5	—
合成エステル油 1	—	—	—
合成エステル油 2	—	—	10
天然油脂 1	10	10	—
天然油脂 2	—	—	—
界面活性剤 1	2	2	2
界面活性剤 2	3	3	3
界面活性剤 3	—	—	—
界面活性剤 4	5	5	5
界面活性剤 5	—	—	—
界面活性剤 6	1	1	1
界面活性剤 7	1	1	1
界面活性剤 8	—	—	—
極圧剤 1	—	—	1
極圧剤 2	1	1	—
BHT	0.5	0.5	0.5
分散相動粘度(mm <sup>2</sup> /s)	100	1320	21
分散相(L)	1.5	1.5	1.5
連続相(水)(L)	3.5	3.5	3.5
設定濃度(容量%)	30	30	30

【0018】

【表4】

	比較例		
	1	2	3
使用ノズル	D	B	—
最小通路径(mmφ)	5.2	1.6	—
最小通路断面積(mm <sup>2</sup> )	21.2	2.01	—
分散相			
圧入速度(L/分)	1.2	0.5	—
圧入流速(m/s)	0.94	4.1	—
分散液の性質			
平均粒径(μm)	9.5	10<	9.6
粒径分布幅	×	×	×

【0019】

鉱油 1 : 40℃の動粘度 4.8 (mm<sup>2</sup>/s)

40

\*

- \* 鉱油 2 : 40℃の動粘度 22 (mm<sup>2</sup>/s)  
 鉱油 3 : 40℃の動粘度 103 (mm<sup>2</sup>/s)  
 合成炭化水素油 : 40℃の動粘度 1350 (mm<sup>2</sup>/s)  
 合成エステル油 1 : ラウリン酸 2-エチルヘキシル  
 合成エステル油 2 : トリメチロールプロパントリオレート  
 天然油脂 1 : 精製牛脂  
 天然油脂 2 : なたね油  
 界面活性剤 1 : ソルビタンモノオレート (HLB = 10.0)  
 界面活性剤 2 : ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート (HLB = 10.0)  
 界面活性剤 3 : ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート (HLB = 15.0)  
 界面活性剤 4 : ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル (HLB = 10.5)  
 界面活性剤 5 : ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル (HLB = 14.5)  
 界面活性剤 6 : ポリオキシエチレンラウリルエーテル (HLB = 15.3)  
 界面活性剤 7 : ジアルキルスルホコハク酸ナトリウム  
 界面活性剤 8 : 石油スルホン酸ナトリウム  
 極圧剤 1 : ジアルキルポリサルファイド (硫黄分 : 22 %)  
 極圧剤 2 : ジラウリルハイドロジェンホスファイト (リン分 : 6.7 %)  
 BHT : ジブチルヒドロキソトルエン  
 ノズル A : 1/8KSF00865 ((株) 共立合金製作所製) (最小通路断面積 : 0.196mm<sup>2</sup>)  
 ノズル B : 1/4KSF0865 ((株) 共立合金製作所製) (最小通路断面積 : 2.01mm<sup>2</sup>)  
 ノズル C : 1/1KSF7070 ((株) 共立合金製作所製) (最小通路断面積 : 18.9mm<sup>2</sup>)  
 ノズル D : 1/1KSF8070 ((株) 共立合金製作所製) (最小通路断面積 : 21.2mm<sup>2</sup>)

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

FI

テマード (参考)

C10N 40:22

40:24

70:00

(72)発明者 上屋舗 宏  
神奈川県藤沢市辻堂神台1-4-1 協同  
油脂株式会社辻堂工場内  
(72)発明者 山本 秀男  
大阪府大阪市中央区北浜4-5-33 住友  
金属工業株式会社内

(72)発明者 松下 哲  
大阪府大阪市中央区北浜4-5-33 住友  
金属工業株式会社内  
Fターム(参考) 4H104 BA02A BA03A DA02A DA06A  
EA02A EA08A EB02 EB04  
JA01 LA20 PA21 QA03